

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 07-254522
(43)Date of publication of application : 03.10.1995

(51)Int.Cl.

H01F 41/02
B22F 1/02
B22F 3/02
H01F 1/24

(21)Application number : 06-071693
(22)Date of filing : 15.03.1994

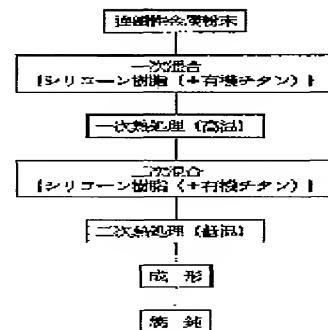
(71)Applicant : TDK CORP
(72)Inventor : SONE HIDEAKI
KAWAKUBO NAOKI
MIYAUCHI TAIJI
MORO EIJI

(54) DUST CORE AND ITS MANUFACTURE

(57)Abstract:

PURPOSE: To enhance the permeability and the frequency characteristic and to increase the mechanical strength of a dust core in which a ferromagnetic metal powder has been pressurized and molded.

CONSTITUTION: A primary mixing process in which a ferromagnetic metal powder is mixed with a silicone resin, a primary heat-treatment process in which a primary mixture obtained in the primary mixing process is heat-treated in a nonoxidizing atmosphere, a secondary mixing process in which the primary mixture is mixed with a silicone resin, a secondary heat-treatment process in which a secondary mixture obtained in the secondary mixing process is heat-treated at a temperature lower than a heat-treatment temperature in the primary heat-treatment process, a molding process and an annealing process are provided in this order. In the primary heat-treatment process, an insulating property is ensured. In the secondary heat-treatment process, a bonding property is ensured, the silicone resin is hardened by a high-temperature annealing treatment executed after the molding process, and the mechanical strength of a core is increased remarkably.



(51) Int. Cl. ⁶
H01F 41/02
B22F 1/02
3/02

識別記号

D

C

F I

B22F 3/02
H01F 1/24

M

審査請求 未請求 請求項の数13 F D (全10頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号 特願平6-71693

(22) 出願日 平成6年(1994)3月15日

(71) 出願人 000003067
ティーディーケイ株式会社
東京都中央区日本橋1丁目13番1号
(72) 発明者 曽根 英明
東京都中央区日本橋一丁目13番1号 ティーディーケイ株式会社内
(72) 発明者 川久保 直喜
東京都中央区日本橋一丁目13番1号 ティーディーケイ株式会社内
(72) 発明者 宮内 泰治
東京都中央区日本橋一丁目13番1号 ティーディーケイ株式会社内
(74) 代理人 弁理士 石井 陽一

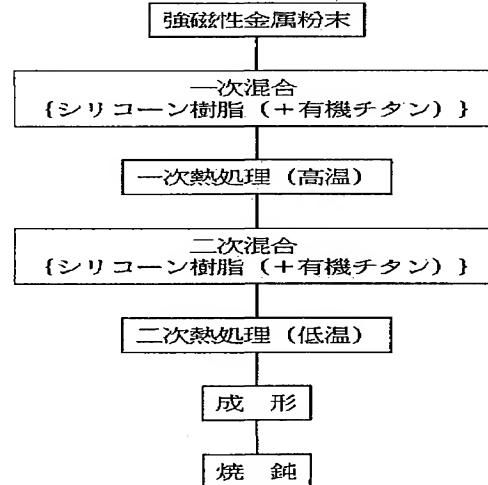
最終頁に続く

(54) 【発明の名称】圧粉コアおよびその製造方法

(57) 【要約】

【目的】強磁性金属粉末を加圧成形した圧粉コアにおいて、透磁率およびその周波数特性を向上させ、しかも機械的強度を高くる。

【構成】強磁性金属粉末とシリコーン樹脂とを混合する一次混合工程と、この一次混合工程で得られた一次混合物に非酸化雰囲気中で熱処理を施す一次熱処理工程と、一次混合物とシリコーン樹脂とを混合する二次混合工程と、この二次混合工程で得られた二次混合物に、一次熱処理工程における処理温度よりも低い温度で熱処理を施す二次熱処理工程と、成形工程と、焼鈍工程とを、この順で設ける。一次熱処理工程では、絶縁性を確保する。二次熱処理工程では、接着性を確保し、成形後に行なう高温の焼鈍処理によりシリコーン樹脂を硬化させて、コアの機械的強度を著しく高くる。



【特許請求の範囲】

【請求項 1】 強磁性金属粉末とシリコーン樹脂とを混合する一次混合工程と、この一次混合工程で得られた一次混合物に非酸化雰囲気中で熱処理を施す一次熱処理工程と、一次混合物とシリコーン樹脂とを混合する二次混合工程と、この二次混合工程で得られた二次混合物に、一次熱処理工程における処理温度よりも低い温度で熱処理を施す二次熱処理工程と、成形工程と、焼鈍工程とを、この順で有することを特徴とする圧粉コアの製造方法。

【請求項 2】 シリコーン樹脂の全混合量が、強磁性金属粉末に対し 0.5 ~ 5 重量%である請求項 1 の圧粉コアの製造方法。

【請求項 3】 一次混合工程におけるシリコーン樹脂の混合量が、シリコーン樹脂の全混合量に対し 10 ~ 80 重量%である請求項 1 または 2 の圧粉コアの製造方法。

【請求項 4】 25°C における粘度が 100 ~ 10000 C.P. であるシリコーン樹脂を用いる請求項 1 ~ 3 のいずれかの圧粉コアの製造方法。

【請求項 5】 一次混合工程において、強磁性金属粉末とシリコーン樹脂とに加え、架橋剤として有機チタンを混合する請求項 1 ~ 4 のいずれかの圧粉コアの製造方法。

【請求項 6】 二次混合工程において、強磁性金属粉末とシリコーン樹脂とに加え、架橋剤として有機チタンを混合する請求項 1 ~ 5 のいずれかの圧粉コアの製造方法。

【請求項 7】 有機チタンの全混合量が、シリコーン樹脂の全混合量に対し 10 ~ 70 重量%である請求項 5 または 6 の圧粉コアの製造方法。

【請求項 8】 一次熱処理工程における処理温度が、300 ~ 700°C である請求項 1 ~ 7 のいずれかの圧粉コアの製造方法。

【請求項 9】 二次熱処理工程における処理温度が、50 ~ 300°C である請求項 1 ~ 8 のいずれかの圧粉コアの製造方法。

【請求項 10】 焼鈍工程における処理温度が 450 ~ 800°C である請求項 1 ~ 9 のいずれかの圧粉コアの製造方法。

【請求項 11】 被成形物が潤滑剤を含む請求項 1 ~ 10 のいずれかの圧粉コアの製造方法。

【請求項 12】 強磁性金属粉末とシリコーン樹脂と有機チタンとを混合して圧粉したものであることを特徴とする圧粉コア。

【請求項 13】 強磁性金属粉末、シリコーン樹脂および有機チタンを含むことを特徴とする圧粉コア。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は、各種電気・電子機器に用いられる圧粉コアと、その製造方法とに関する。

【0002】

【従来の技術】 近年、電気・電子機器の小型化がすすみ、小型で高効率の圧粉コアが要求されている。圧粉コアの材料にはフェライト粉末や強磁性金属粉末が用いられている。鉄粉等の強磁性金属粉末はフェライト粉末に比べ飽和磁束密度が高いため、コアを小型化できるが、抵抗率が低いため渦電流損が大きくなる。このため、強磁性金属粒子表面には、通常、絶縁膜が形成される。絶縁膜としては、水ガラスの被膜が一般的である（特開昭 56-155510 号公報等）。

【0003】 強磁性金属粒子を偏平化すれば、渦電流損が小さくなつて高透磁率が得られるが、偏平化を機械的に行なつた場合、粒子に大きなストレスが生じてしまう。また、偏平化しない場合でも、圧粉の際の圧力印加により粒子にはストレスが生じている。これらのストレスによりコアの保磁力が大きくなつてしまい、十分に高い透磁率が得られなくなるので、通常、圧粉後に、コアには焼鈍処理が施される。強磁性金属粒子のストレスを十分に解放するためには、高温で焼鈍処理を行なう必要があるが、焼鈍処理の温度が 300°C 程度より高くなると、水ガラスが分解してしまつて強磁性金属粒子間の絶縁が不十分となる。これにより高周波領域における渦電流損が著しく高くなつてしまい、コアロスが大きくなると共に透磁率の周波数特性が不良となる。

【0004】 しかも、表面に水ガラス被膜を形成した強磁性金属粒子を用いた場合、機械的強度の高いコアが得られないという問題がある。

【0005】

【発明が解決しようとする課題】 本発明は、強磁性金属粉末を加圧成形した圧粉コアにおいて、透磁率およびその周波数特性を向上させ、しかも機械的強度を高くすることを目的とする。

【0006】

【課題を解決するための手段】 このような目的は、下記 (1) ~ (13) の構成により達成される。

(1) 強磁性金属粉末とシリコーン樹脂とを混合する一次混合工程と、この一次混合工程で得られた一次混合物に非酸化雰囲気中で熱処理を施す一次熱処理工程と、一次混合物とシリコーン樹脂とを混合する二次混合工程と、この二次混合工程で得られた二次混合物に、一次熱処理工程における処理温度よりも低い温度で熱処理を施す二次熱処理工程と、成形工程と、焼鈍工程とを、この順で有することを特徴とする圧粉コアの製造方法。

(2) シリコーン樹脂の全混合量が、強磁性金属粉末に対し 0.5 ~ 5 重量%である上記 (1) の圧粉コアの製造方法。

(3) 一次混合工程におけるシリコーン樹脂の混合量が、シリコーン樹脂の全混合量に対し 10 ~ 80 重量%である上記 (1) または (2) の圧粉コアの製造方法。

(4) 25°C における粘度が 100 ~ 10000 C.P. で

あるシリコーン樹脂を用いる上記(1)～(3)のいずれかの圧粉コアの製造方法。

(5) 一次混合工程において、強磁性金属粉末とシリコーン樹脂とに加え、架橋剤として有機チタンを混合する上記(1)～(4)のいずれかの圧粉コアの製造方法。

(6) 二次混合工程において、強磁性金属粉末とシリコーン樹脂とに加え、架橋剤として有機チタンを混合する上記(1)～(5)のいずれかの圧粉コアの製造方法。

(7) 有機チタンの全混合量が、シリコーン樹脂の全混合量に対し10～70重量%である上記(5)または(6)の圧粉コアの製造方法。

(8) 一次熱処理工程における処理温度が、300～700°Cである上記(1)～(7)のいずれかの圧粉コアの製造方法。

(9) 二次熱処理工程における処理温度が、50～300°Cである上記(1)～(8)のいずれかの圧粉コアの製造方法。

(10) 焼鈍工程における処理温度が450～800°Cである上記(1)～(9)のいずれかの圧粉コアの製造方法。

(11) 被成形物が潤滑剤を含む上記(1)～(10)のいずれかの圧粉コアの製造方法。

(12) 強磁性金属粉末とシリコーン樹脂と有機チタンとを混合して圧粉したものであることを特徴とする圧粉コア。

(13) 強磁性金属粉末、シリコーン樹脂および有機チタンを含むことを特徴とする圧粉コア。

【0007】

【作用および効果】本発明では、強磁性金属粉末を圧粉したコアを製造する際に、絶縁剤およびバインダとしてシリコーン樹脂を用いる。シリコーン樹脂は絶縁性に優れ、耐熱性が高いので、コアの特性向上のために高温で焼鈍処理を施しても絶縁性が劣化しにくい。しかし、強磁性金属粉末とシリコーン樹脂とを混合し、そのまま成形した場合、成形時の圧力により粒子表面のシリコーン樹脂被膜が破壊され、十分な絶縁性を得ることができない。このため、成形前に熱処理してシリコーン樹脂を硬化することが好ましい。シリコーン樹脂を硬化することにより、成形性も向上する。しかし、シリコーン樹脂被膜の強度を高くして十分な絶縁性を確保するためには高温で熱処理を行なうと、シリコーン樹脂の接着性が低下するため、バインダとしての機能が不十分となり、コアの機械的強度を高くすることができなくなる。十分な接着力を確保するためには、熱処理温度を300°C程度以下に抑える必要があるが、この程度の温度ではシリコーン樹脂の硬化が不十分であり、成形後に十分な絶縁性が得られない。

【0008】このため、本発明では、強磁性金属粉末とシリコーン樹脂との混合工程を2回設け、各混合工程の後にそれぞれ熱処理工程を設ける。一次熱処理工程で

は、一次混合工程において混合されたシリコーン樹脂に比較的高温で熱処理を施して硬化し、絶縁性を確保する。この一次熱処理工程は非酸化性雰囲気中で行なうため、強磁性金属粒子表面に酸化ケイ素被膜は形成されない。二次熱処理工程では、二次混合工程で混合されたシリコーン樹脂に比較的低温で熱処理を施して接着性を確保し、コアの機械的強度を向上させる。しかも、二次混合工程で混合されたシリコーン樹脂は、成形後に行なう高温の焼鈍処理により硬化するため、コアの機械的強度は著しく高くなる。また、二次混合工程において混合されたシリコーン樹脂は、絶縁性向上にも寄与するため、強磁性金属粒子間の絶縁性はさらに向上する。このため、成形後に強磁性金属粉末のストレスを十分に解放するために高温の焼鈍処理を施した場合でも、強磁性金属粒子間の絶縁が十分に保たれて、透磁率の周波数特性の劣化が抑えられる。

【0009】一次混合工程および二次混合工程の少なくとも一方において、シリコーン樹脂に加え、架橋剤としてはたらく有機チタンを添加すれば、コアの機械的強度はさらに向上する。

【0010】絶縁剤やバインダを用いて圧粉コアを製造する方法については、水ガラスを使う方法以外にも以下に挙げる各種提案がなされているが、これらの提案はいずれも本発明とは異なる。

【0011】特開昭51-89198号公報には、圧粉磁心の磁性向上方法が開示されている。この方法では、鉄粉に無機系あるいは有機系絶縁兼結合剤を混合して圧縮成形し、硬化処理を施した後、200～700°Cの温度で1～180分間熱処理する。同公報には、有機系接着剤として、エポキシ系、フェノール系、シリコーン系接着剤が、無機系接着剤として、珪酸ソーダ系、リン酸塩系が挙げられている。同公報の実施例1では、珪酸ソーダ系接着剤を用い、150°C×2hrの硬化処理を施した後、450°C×1hrで熱処理しており、実施例2では、エポキシ系接着剤を用い、150°C×3hrの硬化処理を施した後、300°C×2hrで熱処理している。しかし、珪酸ソーダ系接着剤（水ガラス）を用いて実施例1のように450°Cの焼鈍処理を行なった場合、絶縁性が低下してしまう。また、エポキシ樹脂が使用可能な温度も、実施例2のように300°C程度であり、この程度の温度では焼鈍効果が不十分である。同公報の実施例ではシリコーン系接着剤は使用しておらず、また、同公報には、本発明のようにシリコーン樹脂の混合工程を2回設けて、各回ごとに熱処理を施す旨の記載もない。

【0012】特開昭61-154014号公報には、電気的絶縁体である無機高分子を接着剤とした磁性粉の圧縮成形体からなる圧粉磁心が開示されている。同公報の実施例では、無機高分子としてポロシロキサン樹脂を用い、これを溶解した溶液に非晶質合金粉末を浸した後、

リング状コアに成形し、150°Cで20分、250°Cで30分熱処理を行なって溶剤をとばし、420°Cで60分間の硬化処理を施している。同公報記載の方法は、無機高分子を用いる点で本発明とは異なり、しかも、コア形状に成形した後に硬化を行なっている点でも本発明とは異なる。このため、同公報記載の方法では粒子間の絶縁性とコアの機械的強度の双方を共に向上去させることはできず、本発明の効果は実現しない。

【0013】特開昭62-247004号公報には、金属圧粉磁心の製造に際して、金属磁性粉末の表面を絶縁性酸化物を形成し得る金属を含有する有機金属カップリング剤にて被覆処理し、該処理粉末に結着剤としての合成樹脂を混合してから、加圧成形した後、熱処理を施すことによって絶縁性金属酸化物被膜を生成せしめる方法が開示されている。同公報には、有機金属カップリング剤として、 SiO_2 のように絶縁性の酸化物を形成し得る金属を含有するシリコン系、チタン系、クロム系等のカップリング剤が開示されている。また、結着剤として、カップリング剤分子中の有機官能基反応性のある樹脂を用いることにより、金属粉末への樹脂の均一被覆がなされ、成形性が向上する旨と、成形ひずみを除去するための熱処理の際に、加熱途上の200～300°Cで官能基がとび、耐熱性に優れた絶縁酸化被膜が形成され、絶縁抵抗を維持しつつ從来より高い温度での熱処理によってより透磁率が高められる旨の記載がある。同公報の実施例では、合金粉末をガソマミノプロビルトリエキシシランの水溶液で処理、乾燥した後、エポキシ樹脂を均一に混合し、圧粉成形の後に500～900°Cで熱処理している。この方法は酸化被膜を形成するものであり、しかも、酸化被膜の形成は圧粉成形後である。したがって、本発明のように粒子間の絶縁性とコアの機械的強度の双方を共に向上去させることはできない。

【0014】特開昭62-247005号公報には、金属圧粉磁心の製造に際して、金属磁性粉末の表面をテトラヒドロキシシラン Si(OH)_4 にて被覆処理した後、さらにこれを加熱して SiO_2 被膜を生成する方法と、このようにして SiO_2 被膜を生成した後、結着剤として合成樹脂を混合してから加圧成形、熱処理する方法とが開示されている。同公報には、 SiO_2 被膜が圧粉成形時にも粒子間絶縁抵抗の劣化が少なく、成形性があり引き続き施される熱処理の温度を上昇させて透磁率を高めて周波数特性が劣化しない旨が記載されている。同公報の実施例では、まず、 Si(OH)_4 のアルコール溶液に合金粉末を浸漬した後、250°Cにて加熱し、粉末表面に SiO_2 の被膜を生成している。そして、この粉末を直接圧粉成形するか、エポキシ樹脂を混合した後に圧粉成形し、さらに、500～900°Cで熱処理している。この方法は粒子表面に SiO_2 被膜を形成し、その後に圧粉成形するものであり、本発明とは異なる。したがって、同公報記載の方法では、本発明によ

うに粒子間の絶縁性とコアの機械的強度の双方を共に向上去させることはできない。

【0015】特開平3-291305号公報には、形状異方性軟磁性合金粉末の製造方法が開示されている。この方法では、合金粉末を機械的粉碎し、得られた合金粉末にシリコンオイルを0.5～5.0重量%混合した後、熱処理する。この方法において、シリコンオイル混合後に熱処理を施すのは、シリコンオイルからケイ素酸化物被膜を生成させて合金粉末相互の結着を防ぎ、後工程における解碎、粉碎工程を短縮するためである。同公報の実施例では、まず、粗粉碎粉末を、ステンレスボールおよびエタノールを用いて湿式でボールミル粉碎し、平均直径が約40μmで厚さが1μmの円板状粒子からなる偏平化粉末を作製している。そして、トルエンに溶解したシリコンオイルと前記粉末とを混合して乾燥した後、空気中で470°Cまで昇温し、さらに最高温度500～900°Cで熱処理を施している。この実施例では空気中で470°Cまで昇温する際に、シリコンオイルからケイ素酸化物被膜を生成していると考えられる。同公報には、このようにして製造した形状異方性軟磁性合金粉末を圧粉コアに適用する旨の記載はない。同公報記載の方法は、ケイ素酸化物被膜を形成するものであり、その効果が合金粉末相互の結着を防ぐといふものであることから、たとえこの粉末を圧粉コアの製造に適用したとしても、圧粉コアの機械的強度の向上に寄与しないことは明らかである。

【0016】
【具体的構成】以下、本発明の具体的構成について詳細に説明する。

【0017】本発明の圧粉コアの製造方法の主要な構成を、図1に示す。本発明の製造方法は、少なくとも、強磁性金属粉末とシリコーン樹脂とを混合する一次混合工程と、一次混合工程で得られた一次混合物に非酸化雰囲気中で熱処理を施す一次熱処理工程と、一次混合物とシリコーン樹脂とを混合する二次混合工程と、二次混合工程で得られた二次混合物に、一次熱処理工程における処理温度よりも低い温度で熱処理を施す二次熱処理工程と、成形工程と、焼鈍工程とを、この順で有する。

【0018】強磁性金属粉末としては、Fe系強磁性金属の粒子からなる粉末を用いることが好ましい。Fe系強磁性金属としては、Fe、Fe-Al-Si(センダスト)、Fe-Ni(バーマロイ)、Fe-Co、Fe-Si、Fe-P、Fe-Mo-Ni(スーパーマロイ)等の少なくとも1種であり、これらから適宜選択すればよい。強磁性金属粉末の平均粒子径は30～300μm程度とすることが好ましい。強磁性金属粉末の製造方法は特に限定されず、水アトマイズ法、ガスアトマイズ法等のアトマイズ法や、冷却基体を用いた急冷凝固法、還元法などから適宜選択すればよい。水アトマイズ法では、ノズルから流下させた原料合金の浴湯に高压水

を噴射して冷却し、凝固・粉末化する。粉末化は、粉末の酸化を防ぐために非酸化性雰囲気中で行なうことが好ましい。

【0019】なお、本発明では、必要に応じて強磁性金属粒子を偏平化してもよい。トロイダル状のコアや、E型のコア半体であってすべての足が直方体状であるものなどでは、使用時の磁路方向に対し垂直な方向に加圧して成形するいわゆる横押し成形が可能である。横押し成形では、圧粉コア中において偏平粒子の主面を磁路とほぼ平行とすることが容易であるため、偏平状粒子を用いることにより容易に透磁率を向上させることができる。偏平化手段は特に限定されないが、ボールミル、ロッドミル、振動ミル、アトリションミル等の圧延・剪断作用をもつ手段を用いることが好ましい。偏平化率は特に限定されないが、通常、アスペクト比(径/厚さ)で5~25程度とすることが好ましい。

【0020】一方、横押し成形が不可能なコア、例えば、E型のコア半体であっても足の断面外形の少なくとも一部が弧状であるものなど(いわゆるEPC型コアやER型コアに用いるコア半体など)では、成形時の加圧方向が足の軸方向(磁路方向)と一致するいわゆる縦押し成形を用いる。縦押し成形では、偏平状粒子を用いる利点はないため、水アトマイズ法やガスアトマイズ法などで得られる不定形状や球状の粒子をそのまま用いることが好ましい。

【0021】シリコーン樹脂は、オルガノシロキサン結合を有するオルガノポリシロキサンであり、狭義には、3次元網目構造を有するオルガノポリシロキサンである。本発明で用いるシリコーン樹脂は特に限定されないが、狭義のシリコーン樹脂は必ず用いる。ただし、シリコーンオイルやシリコーンゴム等の広義のシリコーン樹脂を併用してもよい。使用する全シリコーン樹脂中における狭義のシリコーン樹脂の割合は、好ましくは50重量%以上とし、より好ましくは狭義のシリコーン樹脂だけを用いる。シリコーン樹脂は、通常、ジメチルポリシリコキサンを主成分とするが、メチル基の一部が他のアルキル基またはアリール基で置換されていてもよい。

【0022】シリコーン樹脂と強磁性金属粉末とを混合するときには、固体状または液状のシリコーン樹脂を溶液化して混合してもよく、液状のシリコーン樹脂を直接混合してもよいが、溶液化して用いる場合には成形前に溶媒を乾燥させる必要があるため、好ましくは溶液化せずに液状のシリコーン樹脂を直接混合する。液状のシリコーン樹脂の粘度は、25°Cにおいて好ましくは10~10000CP、より好ましくは1000~9000CPである。粘度が低すぎても高すぎても、強磁性金属粒子表面に均一な被膜を形成することが難しくなる。

【0023】シリコーン樹脂の全混合量、すなわち、一次混合工程における混合量と二次混合工程における混合量との合計は、強磁性金属粉末に対し好ましくは0.5

~5重量%、より好ましくは1~3重量%である。シリコーン樹脂の全混合量が少なすぎると、強磁性金属粒子間の絶縁性が不十分となるか、コアの機械的強度が不十分となるか、あるいは絶縁性および機械的強度のいずれもが不十分となる。シリコーン樹脂の全混合量が多すぎると、コア中の非磁性領域の比率が高くなつて透磁率が低くなつてしまふ。また、シリコーン樹脂が少なすぎても多すぎても、コアの密度が低くなる傾向がある。

【0024】一次混合工程におけるシリコーン樹脂の混合量は、シリコーン樹脂の全混合量に対し好ましくは10~80重量%、より好ましくは25~50重量%である。一次混合工程におけるシリコーン樹脂混合量の比率が低いと、強磁性金属粒子間の絶縁性確保が難しくなり、一方、この比率が高いと、二次混合工程におけるシリコーン樹脂の混合量が少なくなつてしまふため、コアの機械的強度が不十分となつてしまふ。

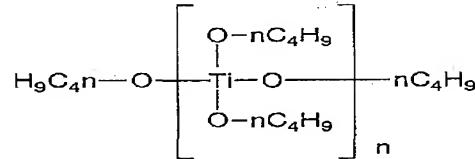
【0025】一次混合工程および二次混合工程の少なくとも一方では、強磁性金属粉末とシリコーン樹脂とに加え、有機チタンを混合することが好ましい。有機チタンを添加することにより、コアの機械的強度がさらに向上する。

【0026】本発明で用いる有機チタンとは、チタンのアルコキシドおよびキレートから選択される少なくとも1種であり、シリコーン樹脂の架橋剤として使用できるものである。

【0027】アルコキシドは、モノマーであってもオリゴマーないしポリマーであってもよく、これらを併用してもよい。アルコキシドとしては、例えば、アルキル基の炭素数が1~8のテトラアルコキシチタン、具体的には、テトラ-i-ブロポキシチタン、テトラ-n-ブロトキシチタン、テトラキス(2-エチルヘキソキシ)チタンが好ましく、これらのうち、テトラ-i-ブロポキシチタン、テトラ-n-ブロトキシチタンがより好ましく、テトラ-n-ブロトキシチタンが最も好ましい。特に、下記化1で表わされるテトラ-n-ブロトキシチタンのオリゴマーないしポリマーが好ましい。

【0028】

【化1】



【0029】上記化1において、nは、好ましくは10以下の整数であり、より好ましくはn=2、4、7、10であり、さらに好ましくはn=4である。nが大きいと架橋反応の速度が低くなる傾向がある。

【0030】キレートとしては、ジ-n-ブロポキシ・

ビス（アセチルアセトナト）チタン、ジーニーブトキシ・ビス（トリエタノールアミナト）チタンが好ましい。

【0031】本発明では、これらの有機チタンのうち、上記した各種アルコキシドを用いることが好ましい。上記アルコキシドは、常温で液体であるため混合する際に液状のシリコーン樹脂と共に直接混合でき、また、加水分解速度が適当であり、入手も容易である。

【0032】有機チタンの全混合量は、シリコーン樹脂の全混合量に対し、好ましくは10～70重量%、より好ましくは25～50重量%である。有機チタンの混合量が少なすぎると、コアの機械的強度をさらに向上させる効果が不十分となる。一方、混合量が多すぎても機械的強度は顕著には向上せず、コアの透磁率が低くなってしまう。

【0033】有機チタンを混合する場合、通常、一次および二次の両混合工程で混合し、各混合工程において、有機チタン／シリコーン樹脂の比率が好ましくは10～70重量%、より好ましくは25～50重量%となるように混合すればよいが、一方の混合工程だけで混合する場合も、有機チタン／シリコーン樹脂の比率はこのような範囲とすることが好ましい。なお、一方の混合工程だけで混合する場合、二次混合工程で混合することが好ましい。

【0034】二次混合工程では、通常、一次混合工程で用いたシリコーン樹脂および有機チタンと同一のものを用いるが、他のシリコーン樹脂や有機チタンを用いてもよい。

【0035】各混合工程で用いる混合手段は特に限定されず、処理量などに応じて適宜決定すればよい。

【0036】一次熱処理工程における処理温度は、好ましくは300～700°C、より好ましくは450～700°C、さらに好ましくは550～650°Cである。処理温度が低すぎると、シリコーン樹脂の硬化が不十分となって強磁性金属粒子間の絶縁性が不十分となる。一方、処理温度が高すぎると、処理中に強磁性金属粒子同士がシリコーン樹脂により強固に結合されてしまい、処理後に解碎することが極めて困難となるため、好ましくない。処理時間、すなわち、上記温度範囲内を通過する時間あるいは上記温度範囲内の一定の温度に保持する時間は、好ましくは0.5～2時間とする。処理時間が短すぎるとシリコーン樹脂の硬化が不十分になりやすく、処理時間が長すぎると強磁性金属粒子同士の結合が強固になりやすい。処理時の非酸化性雰囲気には、例えば、ArガスやN₂ガスなどを用いることが好ましい。一次熱処理工程後、必要に応じて一次混合物を解碎する。

【0037】二次熱処理工程における処理温度は、一次熱処理工程における処理温度よりも低ければよいが、好ましくは50～300°C、より好ましくは50～250°Cである。さらに好ましくは、有機チタンを混合しない場合には150～220°Cであり、有機チタンを混合す

る場合には50～150°Cである。処理温度が低すぎると、シリコーン樹脂の接着性が弱くならないため強磁性金属粉末が凝集しやすくなり、処理温度が高すぎると、シリコーン樹脂の接着性が弱くなりすぎてコアの機械的強度向上効果が不十分となる。処理時間、すなわち、上記温度範囲内を通過する時間あるいは上記温度範囲内の一定の温度に保持する時間は、好ましくは0.5～2時間とする。処理時間が短すぎるとシリコーン樹脂の接着性が弱くなりるとシリコーン樹脂の接着性が弱くなりすぎる。二次熱処理工程では処理温度が低いので、非酸化性雰囲気とする必要はなく、空気中で行なってもよい。

【0038】二次熱処理工程と成形工程との間には、二次混合物と潤滑剤とを混合する潤滑剤混合工程を設けることが好ましい。潤滑剤は、成形時の粒子間の潤滑性を高めたり、金型からの離型性を向上させたりするために用いられる。潤滑剤には、圧粉コアに通常用いられている各種のものを選択でき、例えば、ステアリン酸、ステアリン酸亜鉛、ステアリン酸アルミニウム等の高級脂肪酸、その塩、あるいはワックスなど、常温で固体の有機潤滑剤や、二硫化モリブデン等の無機潤滑剤などから適宜選択すればよい。潤滑剤の混合量は種類によつても異なるが、常温で固体の有機潤滑剤では強磁性金属粉末に対し好ましくは0.1～1重量%とし、無機潤滑剤では強磁性金属粉末に対し好ましくは0.1～0.5重量%とする。潤滑剤の混合量が少なすぎると添加による効果が不十分となり、混合量が多すぎると、コアの透磁率が低くなってしまう他、コアの強度が低くなってしまう。

【0039】なお、潤滑剤は、通常、二次熱処理工程後に混合するが、無機潤滑剤など耐熱性の高いものは、二次熱処理工程の前あるいは一次熱処理工程の前に混合してもよい。

【0040】成形工程では、二次熱処理工程を経た二次混合物を加圧して、所望のコア形状に成形する。本発明が適用されるコア形状は特に限定されず、いわゆるトロイダル型、E E型、E I型、E R型、E P C型、ドラム型、ポット型、カップ型等の各種形状のコアの製造に本発明は適用できる。成形条件は特に限定されず、強磁性金属粒子の種類や形状、寸法、目的とするコア形状やコア寸法、コア密度などに応じて適宜決定すればよいが、通常、最大圧力は6～20t/cm²程度、最大圧力に保持する時間は0.1秒間～1分間程度とする。

【0041】焼鈍工程では、成形体に焼鈍処理を施し、コアとしての磁気特性を向上させる。焼鈍処理は、成形の際に強磁性金属粒子に生じたストレスを解放するためのものであり、粒子を機械的に偏平化した場合には、それによるストレスも解放することができる。また、焼鈍処理によりシリコーン樹脂が硬化し、成形体の密度が増大して機械的強度が向上する。

【0042】焼鈍処理の条件は、強磁性金属粒子の種類

や、成形条件、偏平化条件などに応じて適宜決定すればよいが、処理温度は、好ましくは450～800°C、より好ましくは500～800°C、さらに好ましくは600～760°Cである。処理温度が低すぎると焼鈍が不十分となつてヒステリシス損失が大きくなりやすく、高すぎると強磁性金属粉末が焼結しやすくなり、強磁性金属粒子間の絶縁性が劣化して渦電流損失が大きくなりやすい。処理時間、すなわち、上記温度範囲内を通過する時間あるいは上記温度範囲内の一定の温度に保持する時間は、好ましくは10分間～1時間とする。処理時間が短すぎると焼鈍効果が不十分となりやすく、長すぎると強磁性金属粉末が焼結しやすくなる。

【0043】焼鈍処理は、強磁性金属粉末の酸化を防ぐために、一次熱処理と同様に非酸化性雰囲気中で行なうことが好ましいが、強磁性金属粉末に耐酸化性の良好なセンダスト粉末などを用いる場合には、空気中で行なつてもよい。空気中で高温の焼鈍処理を行なつた場合、少なくともコア表面付近のシリコーン樹脂が酸化ケイ素となることがあるが、圧粉成形後に酸化ケイ素が生成しても、本発明の効果はほとんど低下しない。

【0044】焼鈍工程を非酸化性雰囲気中で行なつた場合、コア中には、通常、シリコーン樹脂および有機チタンが存在する。これは、FT-IR(フーリエ変換赤外分光)透過法等の分析方法により確認することができる。

【0045】焼鈍工程後に、必要に応じ、巻線やコア半体同士の組み付け、ケース装入などを行なう。

【0046】

【実施例】以下、本発明の具体的実施例を示し、本発明をさらに詳細に説明する。

【0047】<焼鈍温度による比較>強磁性金属粉末として、平均粒子径50μm、平均アスペクト比2.0のFe-50重量%Ni合金粉末を、シリコーン樹脂として、無溶剤型シリコーン樹脂(トーレ・シリコーン社製SR2414、25°Cにおける粘度2000～8000CP)を、有機チタンとして、前記した化1の化合物でn=4のもの(日曹社製TBTポリマーB-4)を用意した。

【0048】これらを用い、以下に示す方法でコアを製造した。

【0049】一次混合工程

自動乳鉢により強磁性金属粉末とシリコーン樹脂とを混合して、一次混合物を製造した。また、これらに加えて有機チタンを混合した一次混合物も製造した。強磁性金属粉末に対するシリコーン樹脂の混合量およびシリコーン樹脂に対する有機チタンの混合量を、表1に示す。また、シリコーン樹脂および有機チタンについて、全混合量に対する一次混合工程での混合量の比率(一次比率)

を、表1に示す。

【0050】二次熱処理工程

Ar雰囲気中で一次混合物に熱処理を施した。熱処理の際の保持温度を表1に示す。なお、温度保持時間は1時間とした。一次熱処理工程後には、必要に応じて一次混合物を解碎した。

【0051】二次混合工程

自動乳鉢により一次混合物とシリコーン樹脂とを混合して、二次混合物を製造した。また、これらに加えて有機チタンを混合した二次混合物も製造した。強磁性金属粉末に対するシリコーン樹脂の混合量およびシリコーン樹脂に対する有機チタンの混合量を、表1に示す。また、シリコーン樹脂の全混合量および有機チタンの全混合量も表1に示す。

【0052】二次熱処理工程

Ar雰囲気中で二次混合物に熱処理を施した。熱処理の際の保持温度を表1に示す。なお、温度保持時間は1時間とした。

【0053】潤滑剤添加工程

強磁性金属粉末に対し0.4重量%のステアリン酸亜鉛を、二次混合物に添加した。

【0054】成形工程

加圧成形によりトロイダル状(外径17.5mm、内径10.2mm、高さ6mm)の成形体を製造した。成形圧力は、8t/cm²とし、加圧時間は10秒間とした。

【0055】焼鈍工程

Ar雰囲気中で成形体に焼鈍処理を施した。焼鈍処理の際の保持温度を表1に示す。なお、温度保持時間は0.5時間とした。

【0056】これらの他に、強磁性金属粉末として平均粒子径50μm、平均アスペクト比1.8のセンダスト(Fe-Al-Si)粉末を用い、潤滑剤としてワックスO.4重量%を用い、成形圧力を10t/cm²とした以外はコアNo.1-10と同様にしてコアNo.1-1を製造した。

【0057】焼鈍処理後の各コアについて、以下の特性を測定した。結果を表1に示す。

【0058】初透磁率(μi)

100kHzおよび1MHzのそれぞれにおける初透磁率を求めた。

【0059】コアロス

100kHz、100mTにおけるコアロスを求めた。

【0060】圧環強度

コアの直径方向に力を加え、コアが破壊されたときの力を圧環強度とした。

【0061】

【表1】

表 1 (熱処理温度による比較)

コア No.	シリコーン樹脂 重量(%)			有機チタン 重量(%)			熱処理 温度(°C)			μ_i			コアロス (kW/m ³) (kgf)	
	一次			二次			一次			二次				
	混合	混合	合計	混合	混合	合計	600	200	50*	70	70	4000	7	
1-1	1.2	1.2	2.4	50	—	—	600	200	50*	70	70	4000	7	
1-2	1.2	1.2	2.4	50	—	—	600	200	50	100	100	3000	15	
1-3	1.2	1.2	2.4	50	—	—	600	200	50	120	118	2200	22	
1-4	1.2	1.2	2.4	50	—	—	600	200	50	135	130	2000	35	
1-5	0.9	1.5	2.4	37.5	—	—	600	200	50	140	135	2000	40	
1-6	1.2	1.2	2.4	50	33.3	33.3	50	600	100	450*	70	70	4000	10
1-7	1.2	1.2	2.4	50	33.3	33.3	50	600	100	550	100	100	3000	25
1-8	1.2	1.2	2.4	50	33.3	33.3	50	600	100	650	120	118	2200	35
1-9	1.2	1.2	2.4	50	33.3	33.3	50	600	100	750	135	130	2000	50
1-10	0.9	1.5	2.4	37.5	33.3	33.3	37.5	600	100	750	140	135	2000	70
1-11**	0.9	1.5	2.4	37.5	33.3	33.3	37.5	600	100	750	135	130	420	30

*好ましい値がされる値 **より好ましい値がされる値

※センドバト使用

【0062】表1のコアNo. 1-5および1-10は、シリコーン樹脂の一次比率が37.5重量%である。これらのコアの特性を、同比率がそれぞれ50重量%であるコアNo. 1-4および1-9と比較すると、圧環強度が向上し、透磁率も向上することがわかる。透磁率の向上は、コア密度の向上によるものと考えられる。一方、シリコーン樹脂の一次比率を7.5重量%とした以外はコアNo. 1-4および1-9と同様にしてコアを製造し、これらについても圧環強度を測定したところ、それぞれ1.2kgfおよび2.0kgfであり、圧環強度の低下が認められた。

【0063】比較のために、シリコーン樹脂の混合またはシリコーン樹脂および有機チタンの混合を1回だけ行ない、その後に一次熱処理に相当する温度(600°C)または二次熱処理に相当する温度(200°C)で熱処理を一回施した粉末を用い、上記と同様にして潤滑剤添

加、成形および焼鈍(750°C)を行なってコアを製造した。この結果、600°Cの熱処理だけを施した場合には、コアとしての使用が不可能な強度(圧環強度1kgf以下)しか得られなかつた。また、200°Cの熱処理だけを施した場合、コアロスが5000kW/m³に達し、やはりコアとしての使用がほとんど不可能であった。

【0064】また、比較のために、絶縁作用をもつバイオニアとして水ガラスとガラス粉末との混合物を用いたコアも製造した。水ガラスとガラス粉末との混合物は、水ガラス単独よりも耐熱性が高い材料である。ガラス粉末には、平均粒子径3μmのPbO-SiO₂-B₂O₃(軟化点430°C)を用い、水ガラスおよびガラス粉末の添加量は、強磁性金属粉末に対しそれぞれ1.5重量%とした。まず、ガラス中にガラス粉末を分散してバイオニア液を調製し、このバイオニア液と強磁性金属粉末とを混練した後、乾燥し、解碎を行なつた後、上記と同様に

して潤滑剤添加、成形および焼鈍を行なってコアを製造した。この結果、焼鈍温度を450°Cとしたときの圧環強度が4kgfであり、表1のコアNo. 1-1よりも著しく低かった。そして、焼鈍温度を500°C以上としたときにはコアロスが15000kW/m³以上となり、強磁性金属粒子間の絶縁が破壊されていることが明らかであった。

【0065】これらの比較例と表1に示す結果との比較から、本発明によるコアロス低減およびコアの機械的強度向上効果が明らかである。また、強磁性金属粉末としてセンダスト粉末を用いた場合でも、本発明の効果が得

られることがわかる。

【0066】<シリコーン樹脂の全混合量による比較>シリコーン樹脂の全混合量が異なるコアを製造した。ただし、一次比率はすべて同一とした。これらのコアの製造に際し、シリコーン樹脂混合量以外は表1のコアNo. 1-4またはコアNo. 1-9と同様にした。コアNo. 1-4およびコアNo. 1-9を含め、これらのコアの特性を表2に示す。

【0067】

【表2】

表 2 (シリコーン樹脂の全混合量による比較)

コア No.	シリコーン樹脂 (重量%)				有機チタン (重量%)				熱処理 (°C)			μ_i 100kHz	コアロス (kW/m ³)	
	一次 混合	二次 混合	合計	比率	一次 混合	二次 混合	合計	比率	一次	二次	焼鈍			
2-1	0.4	0.4	0.8*	50	—	—	—	—	600	200	750	135	130	1900
2-2	0.6	0.6	1.2	50	—	—	—	—	600	200	750	145	142	1800
1-4	1.2	1.2	2.4	50	—	—	—	—	600	200	750	135	130	2000
2-3	1.8	1.8	3.6*	50	—	—	—	—	600	200	750	110	90	2100
2-4	3.0	3.0	6.0**	50	—	—	—	—	600	200	750	90	88	2200
2-5	0.4	0.4	0.8*	50	33.3	33.3	33.3	50	600	100	750	135	130	1900
2-6	0.6	0.6	1.2	50	33.3	33.3	33.3	50	600	100	750	145	142	1800
1-9	1.2	1.2	2.4	50	33.3	33.3	33.3	50	600	100	750	135	130	2000
2-7	1.8	1.8	3.6*	50	33.3	33.3	33.3	50	600	100	750	110	90	2100
2-8	3.0	3.0	6.0**	50	33.3	33.3	33.3	50	600	100	750	90	88	2200

**)好ましい範囲を外れる値 *)より好ましい範囲を外れる値

【0068】なお、表2に示されるコアは、シリコーン樹脂混合量が少なくなるにしたがって圧環強度が低下する傾向を示した。

【0069】<有機チタンの全混合量による比較>有機チタンの全混合量が異なるコアを製造した。ただし、有機チタンの一次比率はすべて同一とした。これらのコア

の製造に際し、有機チタンの全混合量以外は表1のコアNo. 1-9と同様にした。コアNo. 1-9を含め、これらのコアの特性を表3に示す。

【0070】

【表3】

表 3 (有機チタンの全混合量による比較)

コア No.	シリコーン樹脂 (重量%)				有機チタン (重量%)				熱処理 (°C)			μ_i 100kHz	コアロス (kW/m ³)	圧環 強度 (kgf)	
	一次 混合	二次 混合	合計	比率	一次 混合	二次 混合	合計	比率	一次	二次	焼鈍				
3-1	1.2	1.2	2.4	50	20*	20*	20*	50	600	100	750	125	122	2000	45
1-9	1.2	1.2	2.4	50	33.3	33.3	33.3	50	600	100	750	135	130	2000	50
3-2	1.2	1.2	2.4	50	60*	60*	60*	50	600	100	750	125	122	2000	52
3-3	1.2	1.2	2.4	50	80**	80**	80**	50	600	100	750	120	118	2000	54

**)好ましい範囲を外れる値 *)より好ましい範囲を外れる値

【0071】表3に示される結果から、有機チタン混合量の増加に伴なって圧環強度は向上するが、有機チタン混合量が多いと透磁率が低下することがわかる。

【0072】<一次熱処理温度による比較>一次熱処理温度を変えた以外は表1のコアNo. 1-9と同様にして

コアを製造した。コアNo. 1-9を含め、これらのコアの特性を表4に示す。

【0073】

【表4】

表 4 (一次熱処理温度による比較)

コア No.	シリコーン樹脂(重量%)				有機チタン(重量%)				熱処理(°C)			μ_i 100kHz	コアロス (kW/m²)	圧環 強度 (kgf)	
	一次 混合	二次 混合	合計	比率	一次 混合	二次 混合	合計	比率	一次	二次	焼鈍				
4-1	1.2	1.2	2.4	50	33.3	33.3	33.3	50	200**	100	750	135	30	5000	15
4-2	1.2	1.2	2.4	50	33.3	33.3	33.3	50	500	100	750	90	88	2000	50
1-9	1.2	1.2	2.4	50	33.3	33.3	33.3	50	600	100	750	135	130	2000	50

**)好ましい範囲を外れる値 *)より好ましい範囲を外れる値

【0074】なお、一次熱処理の温度を750°Cとした場合には、一次熱処理後に、シリコーン樹脂により強磁性金属粒子が強固に結合されており、解碎が実質的に不可能であった。

【0075】<二次熱処理温度による比較>二次熱処理の温度を350°Cとした以外は表1のコアNo. 1-9と同様にしてコアを製造した。このコアの圧環強度は1kgf以下であった。

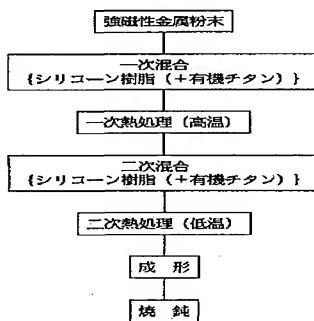
【0076】なお、表1に示すコアNo. 1-11を粉碎し、粉碎物について、クロロホルムを用いてソックスレー抽出を行なった。抽出液の蒸発乾固物を、FT-IR透過法により分析した。この結果、有機チタンの特性吸

収帶である2960cm⁻¹、2930cm⁻¹および2870cm⁻¹(以上はC-H伸縮振動)ならびに1460cm⁻¹および1370cm⁻¹(以上はC-H変角振動)が認められた。また、1120~1030cm⁻¹にブロードなピークが認められたが、これはシリコーン樹脂がさらに高分子化したものと推定される。この結果から、焼鈍処理後のコア中には、シリコーン樹脂および有機チタンが含まれていることがわかる。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の圧粉コアの製造方法の構成例を示すフローチャートである。

【図1】



フロントページの続き

(51) Int. Cl. 6 識別記号 庁内整理番号 F I 技術表示箇所
H O 1 F 1/24

(72) 発明者 茂呂 英治
東京都中央区日本橋一丁目13番1号 テイ
一ディーケイ株式会社内